

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS ✓
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 10195280  
PUBLICATION DATE : 28-07-98

APPLICATION DATE : 09-01-97  
APPLICATION NUMBER : 09013374

APPLICANT : SHIN ETSU CHEM CO LTD;

INVENTOR : TOMIYOSHI KAZUTOSHI;

INT.CL. : C08L 63/00 C08K 3/00 C08L 83/04 H01L 23/29 H01L 23/31

TITLE : FLAME-RETARDANT EPOXY RESIN COMPOSITION FOR SEMICONDUCTOR  
SEALING AND SEMICONDUCTOR DEVICE

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a flame-retardant epoxy resin composition free of a bromine compound for semiconductor sealing, and to provide a semiconductor device sealed by the cured composition.

SOLUTION: This flame-retardant epoxy resin composition for semiconductor sealing is composed of, as the essential components, (A) an epoxy resin, (B) a phenol resin, its phenolic hydroxyl group accounting for 0.5 to 1.6 mols per mol of the epoxy group in the component A, (C) an inorganic filler, accounting for 550 to 1,000 pts.wt. per 100 pts.wt. of the total quantity of the components A and B, (D) powdered antimony pentoxide produced by the sol-gel process, accounting for 0.5 to 20 pts.wt. per 100 pts.wt. of the total quantity of the components A and B, and (E) a cured or uncured organopolysiloxane accounting for 0.1 to 10 pts.wt. per 100 pts.wt. of the total quantity of the components A and B, and contains no bromine compound. The epoxy resin composition gives the cured composition which simultaneously shows flame retardancy and heat-resistance even without incorporating any bromine compound, making the other objective semiconductor device sealed by the cured composition reliable.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-195280

(43) 公開日 平成10年(1998) 7月28日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 8 L 63/00

C 0 8 L 63/00

Z

C 0 8 K 3/00

C 0 8 K 3/00

C 0 8 L 83/04

C 0 8 L 83/04

H 0 1 L 23/29

H 0 1 L 23/30

R

23/31

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 12 頁)

(21) 出願番号

特願平9-13374

(22) 出願日

平成9年(1997) 1月9日

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 塩原 利夫

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料  
技術研究所内

(72) 発明者 青木 貴之

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料  
技術研究所内

(74) 代理人 弁理士 小島 隆司 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 半導体封止用難燃性エポキシ樹脂組成物及び半導体装置

(57) 【要約】

【解決手段】 (A) エポキシ樹脂、

(B) フェノール樹脂：(A) 成分のエポキシ基1モル  
に対してフェノール性水酸基が0.5～1.6モルとな  
る量、

(C) 無機質充填剤：(A)、(B) 成分の合計量1  
00重量部に対して550～1,000重量部、

(D) ゼルゲル法により得られた五酸化アンチモン粉  
末：(A)、(B) 成分の合計量100重量部に対して  
0.5～20重量部、

(E) オルガノポリシロキサン又はその硬化物：

(A)、(B) 成分の合計量100重量部に対して0.  
1～10重量部

を必須成分とし、臭素化合物を含有しないことを特徴と  
する半導体封止用難燃性エポキシ樹脂組成物。

【効果】 本発明のエポキシ樹脂組成物によれば、臭素  
化合物を配合することなく、難燃化と耐熱性とを両立さ  
せた硬化物を与え、従ってこの硬化物で封止された半導  
体装置は信頼性の高いものである。

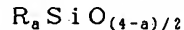
## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) エポキシ樹脂、

(B) フェノール樹脂：(A) 成分のエポキシ基1モルに対してフェノール性水酸基が0.5～1.6モルとなる量、

(C) 無機質充填剤：(A)、(B) 成分の合計量100重量部に対して550～1,000重量部、

(D) ゾルゲル法により得られた五酸化アンチモン粉末：(A)、(B) 成分の合計量100重量部に対して

(式中、Rは非置換又は置換の一価炭化水素基、aは $1 \leq a \leq 3$ の正数を示す。)で示されるものである請求項1記載のエポキシ樹脂組成物。

【請求項3】 請求項1又は2記載のエポキシ樹脂組成物の硬化物で封止された半導体装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、臭素化合物無含有の半導体封止用難燃性エポキシ樹脂組成物及びその硬化物で封止された半導体装置に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】近年、デバイスの高速化に伴い素子の発熱量が非常に大きくなり、パッケージ自体が高温になることから、信頼性の上で大きな問題となってきた。また、一方では耐半田リフロー性を改善するため、ガラス転移温度が100℃前後の封止樹脂が使用されるようになってきている。このような背景のもと、いかにして高温での信頼性を維持するかが半導体業界において重要な課題である。

【0003】高温での不良として最も問題となるのは、高温下で難燃剤として使用されている臭素化合物やアンチモン化合物が分解して金線とアルミニウムの接続部で化学反応を起こし、接続部の抵抗が大きくなったり、場合によっては断線にいたるものである。この不良は特に封止材としてガラス転移温度の低い材料を使用した場合に顕著になる。

【0004】即ち、五酸化アンチモンと臭素化合物を併用して使用することで難燃化と耐熱性を向上させることや、Na含有量を0.03～0.06%とした五酸化アンチモンと臭素化合物、及び場合によっては三酸化ビスマス、水和炭酸マグネシウムアルミニウムを使用して耐熱性を向上させることは既によく知られていることである(米国特許第4282136号、特公平6-8379号、特表平6-508857号公報)。

【0005】しかし、これらはいずれも臭素化合物を使用しているため高温下で炭素-臭素結合が分解し、臭素が容易に遊離するといった問題があり、イオントラップ剤やpH調整剤のような化合物の添加が必須であった。

【0006】従って、本発明は、臭素化合物を配合することなく、難燃化と耐熱性とを両立させた半導体封止用

0.5～20重量部、

(E) オルガノポリシロキサン又はその硬化物：

(A)、(B) 成分の合計量100重量部に対して0.1～10重量部

を必須成分とし、臭素化合物を含有しないことを特徴とする半導体封止用難燃性エポキシ樹脂組成物。

【請求項2】 (E) 成分のオルガノポリシロキサンが下記平均組成式(1)

... (1)

難燃性エポキシ樹脂組成物及びその硬化物で封止された半導体装置を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討を行った結果、充填剤を多量に配合したエポキシ樹脂組成物に、ゾルゲル法で製造した非常に高純度の五酸化アンチモンとオルガノポリシロキサン又はその硬化物とを併用することで、臭素化合物を用いなくとも難燃化が可能となり、かつ高温での信頼性も優れた半導体素子封止用の樹脂組成物が得られることを見出したものである。

【0008】即ち、本発明は、

(A) エポキシ樹脂、

(B) フェノール樹脂：(A) 成分のエポキシ基1モルに対してフェノール性水酸基が0.5～1.6モルとなる量、

(C) 無機質充填剤：(A)、(B) 成分の合計量100重量部に対して550～1,000重量部、

(D) ゾルゲル法により得られた五酸化アンチモン粉末：(A)、(B) 成分の合計量100重量部に対して0.5～20重量部、

(E) オルガノポリシロキサン又はその硬化物：

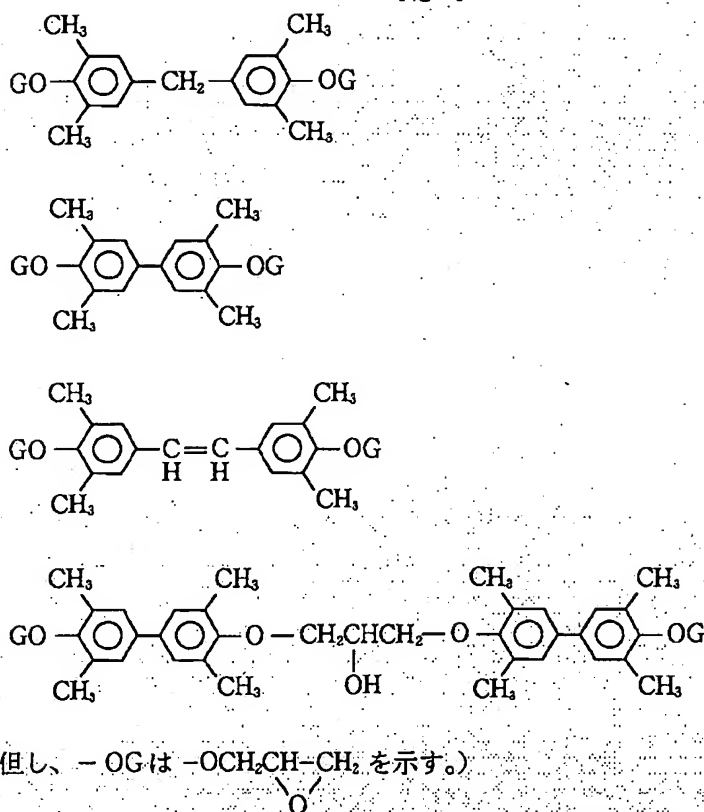
(A)、(B) 成分の合計量100重量部に対して0.1～10重量部

を必須成分とし、臭素化合物を含有しないことを特徴とする半導体封止用難燃性エポキシ樹脂組成物、及び、この組成物の硬化物で封止された半導体装置を提供する。

【0009】以下、本発明について詳細に説明する。本発明で使用する(A)成分のエポキシ樹脂としては、従来から公知の1分子あたり2個以上のエポキシ基を持ったものであればいかなるものでも使用することができるが、臭素化エポキシ樹脂は使用しない。エポキシ樹脂としては、特にビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂、ナフタレン型エポキシ樹脂、ビフェニル型エポキシ樹脂、シクロペンタジエン型エポキシ樹脂などが例示される。これらエポキシ樹脂の中でもナフタレン型エポキシ樹脂、ビフェニル型エポキシ樹脂や下記構造式で示される液晶構造を有するものが望ましい。

【0010】

【化1】



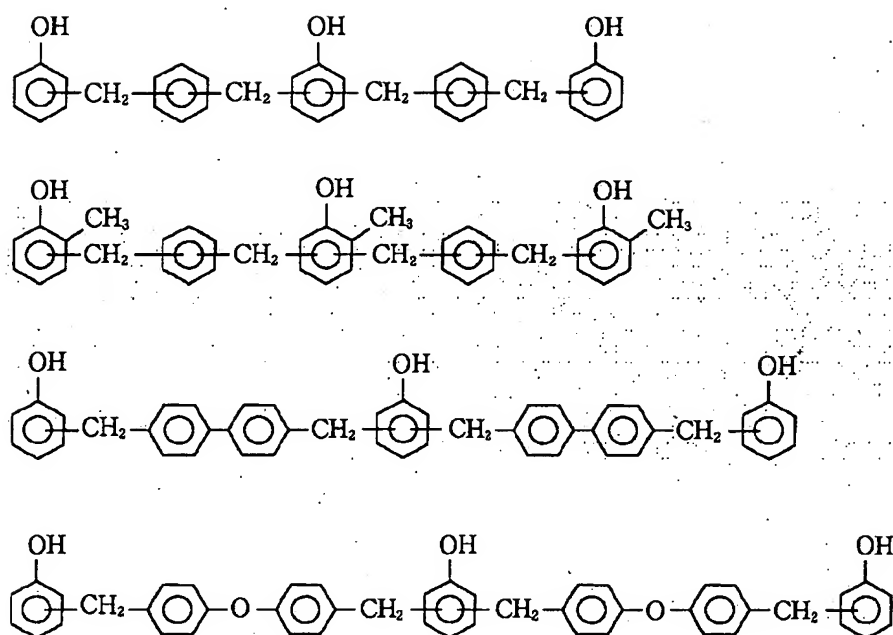
【0011】これらエポキシ樹脂中の全塩素含有量は1,500ppm以下、望ましくは1,000ppm以下である。また、120℃で50%エポキシ樹脂濃度における20時間での抽出水塩素が5ppm以下であることが好ましい。全塩素含有量が1,500ppmを超え、抽出水塩素が5ppmを超えると、半導体の耐湿信頼性が低下するおそれがある。

【0012】本発明においては、(B)成分の硬化剤としてフェノール樹脂を使用する。フェノール樹脂として

は、1分子中にフェノール性の水酸基が2個以上あればいかなるものでも使用可能である。特に、フェノールノボラック樹脂、クレゾールノボラック樹脂、フェノールアラキル樹脂、ナフタレン型フェノール樹脂、シクロペンタジエン型フェノール樹脂が挙げられる。中でも下記構造のフェノール性水酸基を含有するものなどが望ましい。

【0013】

【化2】



【0014】上記フェノール樹脂から抽出される塩素イオンやナトリウムイオンなどはいずれも10ppm以下、望ましくは5ppm以下であることが好ましい。

【0015】エポキシ樹脂とフェノール樹脂の混合割合は、エポキシ基1モルに対しフェノール性水酸基が0.5～1.6モル、望ましくは0.6～1.4モルである。0.5モル未満では水酸基が不足し、エポキシ基の単独重合の割合が多くなり、ガラス転移温度が低くなる。また、1.6モルを超えるとフェノール性水酸基の比率が高くなり、反応性が低下するほか、架橋密度が低く十分な強度が得られないものとなる。

【0016】なお、本発明のエポキシ樹脂組成物には、硬化促進剤を配合することができる。硬化促進剤としてはリン系、イミダゾール誘導体、シクロアミン系誘導体などを使用することができる。硬化促進剤の量としては、エポキシ樹脂とフェノール樹脂の合計量100重量部に対し0.01～10重量部が好ましい。

【0017】本発明に使用される(C)成分の充填剤としては、ボールミルなどで粉碎した熔融シリカや火炎熔融することによって得られる球状シリカ、ゾルゲル法などで製造される球状シリカ、結晶シリカ、アルミナ、ボロンナイトライド、窒化アルミ、窒化ケイ素、マグネシア、マグネシウムシリケートなどが使用される。半導体素子が発熱の大きい素子の場合、熱伝導率ができるだけ大きく、かつ膨張係数の小さなアルミナ、ボロンナイトライド、窒化アルミ、窒化ケイ素などを充填剤として使用することが望ましい。また、熔融シリカなどとブレンドして使用してもよい。また、より精密なデバイスを封止するためには175℃での熔融粘度が200ポイズ以下、望ましくは100ポイズ以下のエポキシ樹脂組成物が望

まれている。そのため無機質充填剤としては球状の最密充填が可能な粒度分布を持ったものが望ましい。ここで使用することができる充填剤の粒度分布は平均粒径が4～30μmで、最大粒径が74μm以下、より望ましくは最大粒径が50μm以下の粒度分布をもち、比表面積が2.5m<sup>2</sup>/g以下、望ましくは1.0～3.0m<sup>2</sup>/gであるものが好ましい。

【0018】無機質充填剤の使用量は、エポキシ樹脂とフェノール樹脂の合計量100重量部に対して550～1,000重量部、好ましくは750～950重量部である。550重量部未満では、五酸化アンチモンの添加によっても難燃化が不十分である上、膨張係数を十分に下げることができず、吸水率も多くなり、半田リフローの際の温度でパッケージにクラックが入ってしまう。一方、1,000重量部を超えると粘度が高くなりすぎ、成形できなくなってしまう。この場合、無機質充填剤のエポキシ樹脂組成物中における含有量は82～91重量%、特に86～90.5重量%であることが好ましい。

【0019】なお、エポキシ樹脂組成物には、必要に応じてチクソ性付与のためアエロジルなどの超微粒子の表面未処理あるいは表面がオルガノシリル基等で疎水化処理されたシリカを無機質充填剤の一部として添加することもできる。この種の超微粒子シリカを使用する場合は、予めボールミル等の混合装置を用い、他の充填剤と均一に混合した後、使用することがよい。

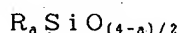
【0020】本発明において難燃剤として使用される五酸化アンチモンは、ゾルゲル法によって製造したものである。これは金属アンチモンの酸化によって得られるものとは異なり、純度的に非常に精製されているものである。そのため五酸化アンチモン中に残存する鉛や砒素の

ような重金属、及びアルカリ金属イオンやハロゲンイオンはいずれも100ppm以下、通常0.01~100ppm、好ましくは0.1~50ppmのものである。

【0021】本発明で使用する五酸化アンチモンの粒度はできるだけ細かいものが望ましい。通常使用できる粒度としては、平均一次粒子径が0.01~5 $\mu$ mで比表面積が1~100m<sup>2</sup>/gのものである。より望ましくは平均一次粒子径が0.01~1 $\mu$ mで比表面積が20~100m<sup>2</sup>/gである。

【0022】五酸化アンチモンの使用量はエポキシ樹脂と硬化剤の合計量100重量部に対し0.5~20重量部、より望ましくは1~10重量部である。0.5重量部未満では難燃化が不十分であり、20重量部を超えるとコストアップになる上、アンチモン含有量が多くなりすぎ、高温で長時間保管した際の半導体の信頼性を損なうおそれがある。

【0023】次に、本発明のエポキシ樹脂組成物には、(E)成分としてオルガノポリシロキサン又はその硬化物を配合するものである。即ち、本発明においては、上



で示されるオルガノポリシロキサン及びオルガノポリシロキサン硬化物の微粉末より適宜選択して使用することができる。

【0026】ここで、式(1)において、Rは非置換又は置換一価炭化水素基であり、非置換一価炭化水素基としては、炭素数1~10、特に1~6のものが好ましい。具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、シクロヘキシル基、オクチル基等のアルキル基、ビニル基、アリル基、プロベニル基、ブテニル基等のアルケニル基、フェニル基、トリル基、ナフチル基等のアリール基、ベンジル基、フェニルエチル基等のアラルキル基などが挙げられる。また、置換一価炭化水素基としては、上記非置換の一価炭化水素基の水素原子の一部又は全部をハロゲン原子(例えばフッ素)、シアノ基などで置換したもののほか、置換基としてアミノ基、エポキシ基、カルボキシル基、カルビノール基、(メチル)スチリル基、(メタ)アクリル基、メルカプト基、ポリエーテル基、高級脂肪酸エステル基、炭素数12以上の高級アルキル基などの官能基を含有する一価の基が挙げられる。なお、これらの官能基は、通常炭素数2~10、特に炭素数3~8程度の、酸素原子又はイミノ基(=NH-)を介してもよいアルキレン基、アリーレン基又はこれらを組合せたアルキレンアリーレン基を介してケイ素原子に結合する。

【0027】また、式(1)において、aは1 $\leq$ a $\leq$ 3、特に1.5 $\leq$ a $\leq$ 2.5の範囲の正数である。

【0028】ここで、上記式(1)に示されるオルガノポリシロキサン化合物としては、その構造から分類して以下のものを挙げることができる。

【0029】ストレートオルガノポリシロキサン化合物

記高純度の五酸化アンチモンとオルガノポリシロキサン又はその硬化物を組み合わせること、従来から必須成分として知られている臭素化合物を用いることなく難燃化と耐熱性を両立させたものである。そのため前述したような不都合もなく、信頼性の良好な樹脂組成物が得られるものであり、三酸化アンチモンSb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>と臭素化合物等の難燃剤を含有しなくとも、難燃グレードUL-94V-0を達成できる点で優れている。

【0024】なお、オルガノポリシロキサン化合物又はその硬化物の難燃効果としては、以下のことを挙げるができる。即ち、オルガノポリシロキサン化合物は燃焼することにより、二酸化炭素、一酸化炭素、水などを発生し、シリカ(SiO<sub>2</sub>)を灰分として残す。また、一般的にオルガノポリシロキサン化合物の燃焼状態は他のオイル(鉱物油等)に比較して、発生するガス量が少なく、燃焼熱も小さいため炎も小さく、周辺への延焼を抑制するものである。

【0025】(E)成分としては、下記平均組成式(1)



としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン等が挙げられる。

【0030】変性オルガノポリシロキサン化合物としては、アミノ変性ポリオルガノシロキサン、エポキシ変性オルガノポリシロキサン、カルボキシル変性オルガノポリシロキサン、カルビノール変性オルガノポリシロキサン、メタクリル変性オルガノポリシロキサン、メルカプト変性オルガノポリシロキサン、フェノール変性オルガノポリシロキサン、片末端反応性オルガノポリシロキサン、異種官能基変性オルガノポリシロキサン、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン、メチルスチリル変性オルガノポリシロキサン、高級アルキル変性オルガノポリシロキサン、高級脂肪酸エステル変性オルガノポリシロキサン、高級脂肪酸含有オルガノポリシロキサン、トリフルオロプロピルメチルポリシロキサン等のフッ素変性オルガノポリシロキサン等が挙げられる。

【0031】オルガノポリシロキサンレジンとしては、メチルポリシロキサンレジンと、メチルフェニルポリシロキサンレジンとに大別され、その構造中に炭素-炭素二重結合を有するものは難燃性が高いことが知られている。

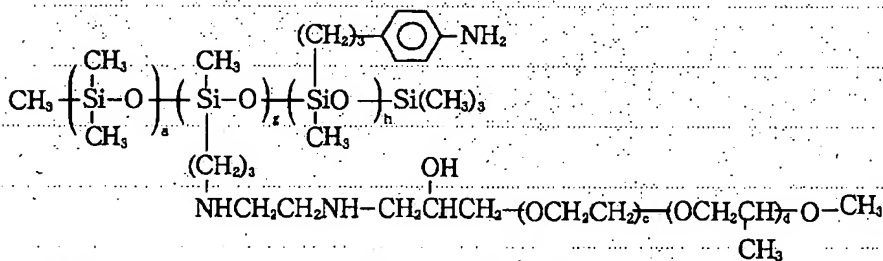
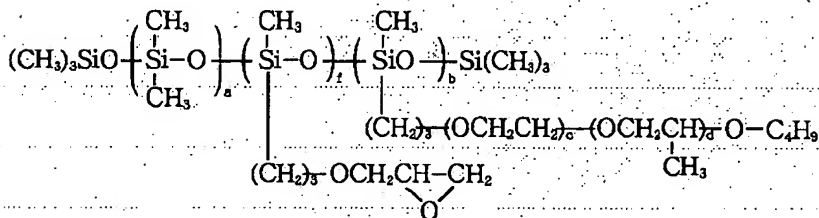
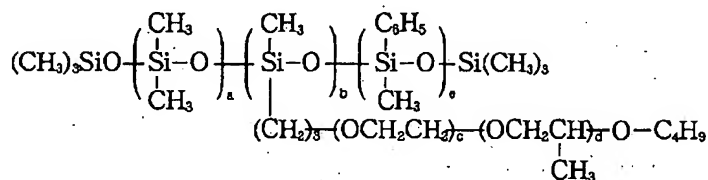
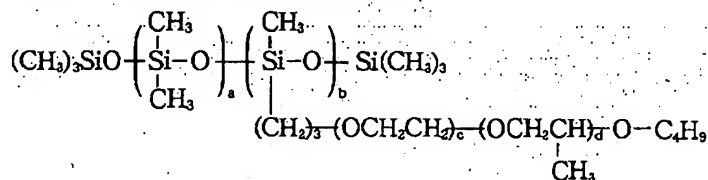
【0032】メチルポリシロキサンレジンとは、一般にSiO<sub>2</sub>、CH<sub>3</sub>SiO<sub>3/2</sub>、(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiO、(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>の構造単位を組み合わせることができる三次元網状構造の共重合体である。

【0033】メチルフェニルポリシロキサンレジンとは、一般にSiO<sub>2</sub>、CH<sub>3</sub>SiO<sub>3/2</sub>、C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>SiO<sub>3/2</sub>、(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiO、(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>、(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>、(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)(CH<sub>3</sub>)SiO、(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>SiOの構造単位を組み合わせることができる三次元網状構造

の共重合体であり、メチルポリシロキサンレジンに比べ耐熱性が高い。

【0034】上記式(1)で表されるオルガノポリシロキサン化合物の重合度(又は分子中のケイ素原子の数)は5~1,000、特に10~200の範囲にあることが好ましく、重合度が5未満では低分子量のため、揮発性、相溶性において問題を生ずる場合があり、また、重合度が1,000を超える場合には粘度が高くなり、分散性が悪くなる場合がある。

【0035】本発明で(E)成分として用いるオルガノ



(上記各式においてa~hはそれぞれ下記の意味を示す。)

- a ; 5~200の整数
- b ; 1~5の整数
- c ; 0~30の整数
- d ; 0~30の整数
- c+d ; 10~60の整数
- e ; 1~50の整数
- f ; 1~5の整数
- g ; 1~5の整数
- h ; 0~5の整数

【0037】このポリエーテル変性オルガノポリシロキ

サン化合物の中でも、マトリックス樹脂とオルガノポリシロキサン化合物との相溶性の点から、マトリックス樹脂と強い親和性を有するポリエーテル基を有するポリエーテル変性オルガノポリシロキサン化合物が好適に使用される。ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン化合物としては、下記のポリエーテル変性オルガノポリシロキサン化合物を挙げることができる。

【0036】

【化3】

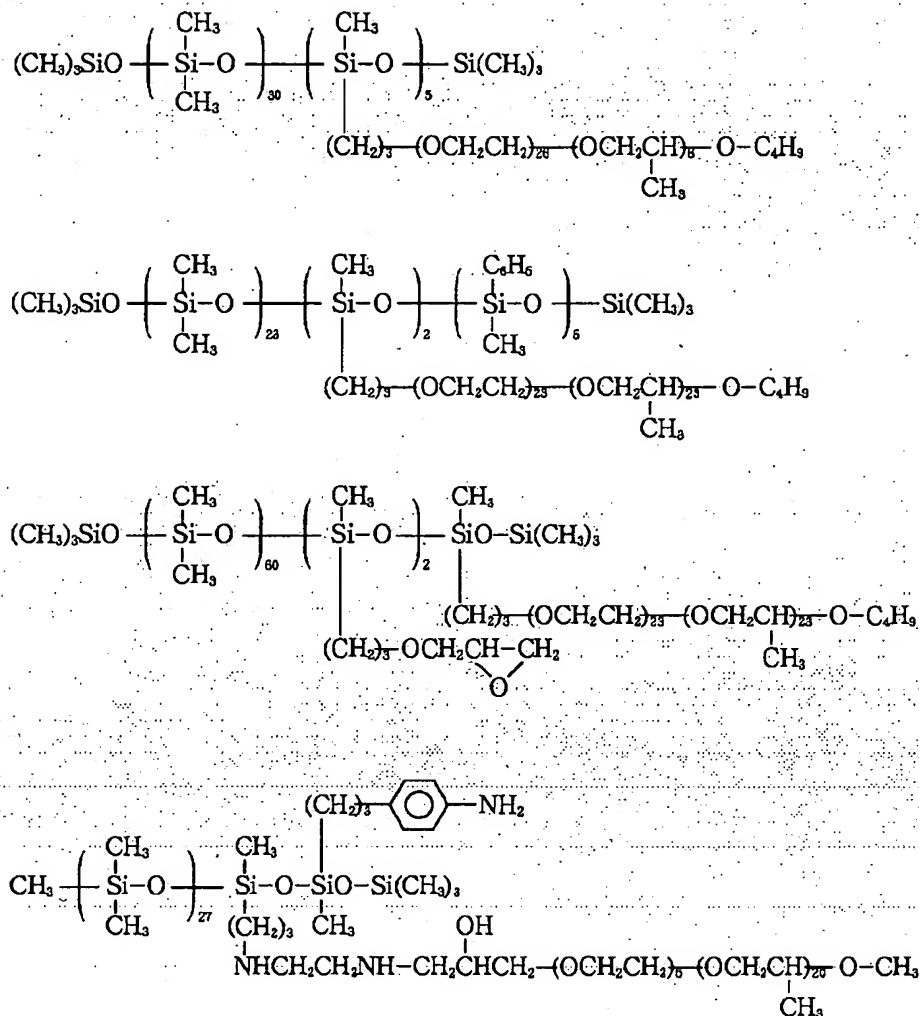
サンとしては、具体的に下記のものを例示することがで



きる。

【0038】

【化4】

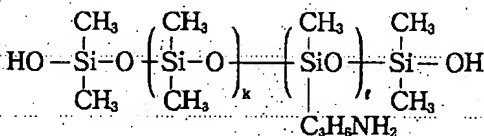
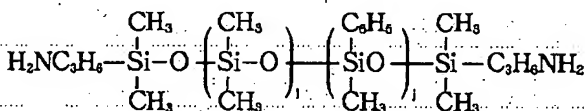
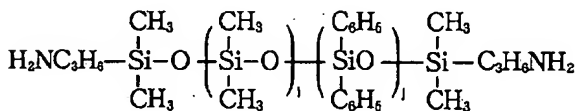
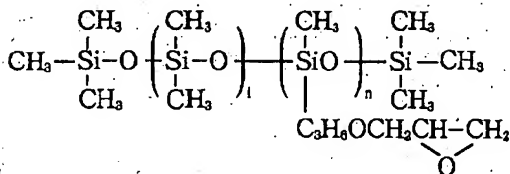
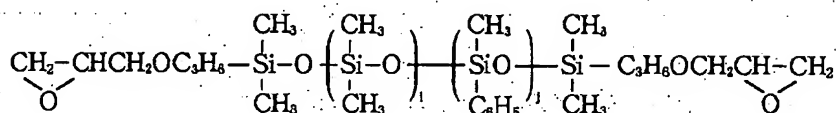
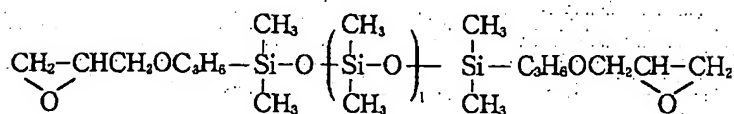
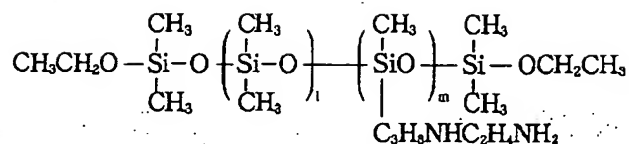


【0039】なお、上述したポリエーテル変性オルガノポリシロキサン化合物を相溶化剤として用い、下記に例示するような分子鎖末端あるいは分子鎖途中のケイ素原子に結合したアミノ官能性基あるいはエポキシ官能性基を含有するアミノ変性オルガノポリシロキサン、エポキ

シ変性オルガノポリシロキサンなどの他のオルガノポリシロキサン化合物を併用してもよい。

【0040】

【化5】



(上記各式において i~n はそれぞれ下記の意味を示す。)

i ; 5~200 の整数

j ; 1~50 の整数

k ; 50~2000 の整数

l ; 1~10 の整数

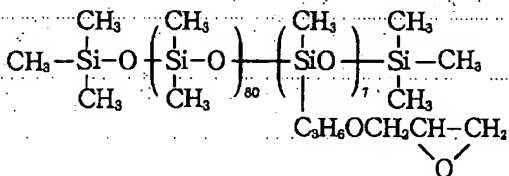
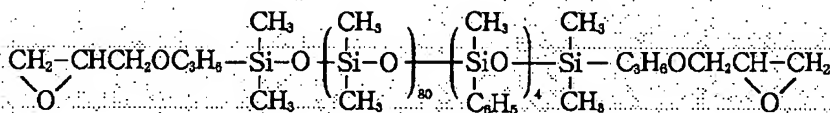
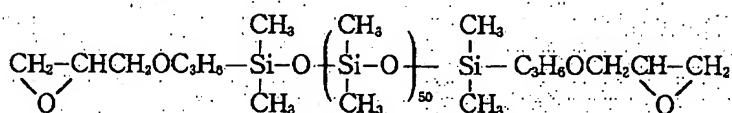
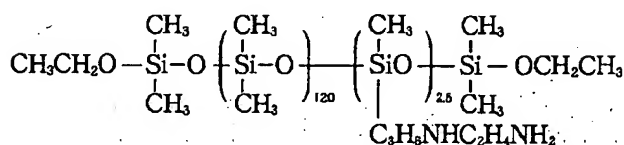
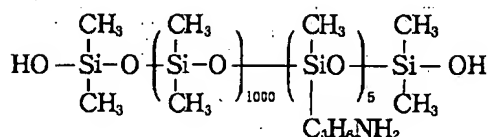
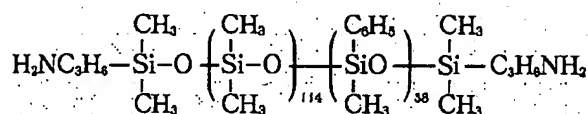
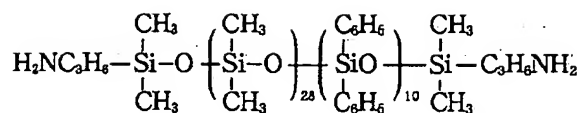
m ; 1~10 の整数

n ; 1~10 の整数

【0041】このアミノ変性オルガノポリシロキサン、エポキシ変性オルガノポリシロキサンとしては具体的に下記のものなどを例示することができる。

【0042】

【化6】



【0043】また、本発明において、(E)成分として用いるオルガノポリシロキサン硬化物としては特に限定されるものでなく、以下に示すものの中から適宜選択することができる。ビニル基含有オルガノポリシロキサンとオルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含有する組成物を白金触媒存在下付加反応により硬化したオルガノポリシロキサンゴム、末端シラノール基及び／又はアルコキシ基封鎖オルガノポリシロキサンと、分子中に3個以上の加水分解性官能基を有するシラン及び／又はその部分加水分解縮合物と、縮合触媒とを含有する組成物を縮合反応により硬化したオルガノポリシロキサンゴム（ここで、縮合反応として、脱水、脱水素、脱アルコール、脱オキシム、脱アミン、脱アミド、脱カルボン酸、

脱ケトン等が挙げられる。）、有機過酸化物により加熱硬化したオルガノポリシロキサンゴム、紫外線照射により硬化したオルガノポリシロキサンゴムあるいは上記の各反応により硬化した $\text{SiO}_2$ 単位及び／又は $\text{RSiO}_{3/2}$ 単位（Rは前記と同じ）を含有するオルガノポリシロキサン樹脂などが挙げられる。これらのオルガノポリシロキサン硬化物は、予め粉砕機にて粉砕し、粉末状にしたものが用いられる。また、オルガノポリシロキサン硬化物は、その構造中にシラノール基、ヒドロキシ基、カルボキシ基、ビニル基、アミノ基、メルカプト基、エポキシ基、メトキシ基、エトキシ基等の官能基を有するものを用いてもよい。なお、近年、ICなどの電子部品を成型する金型のゲートサイズはパッケージの小型化、

薄型化と共に小さくなったので、本発明で用いるオルガノポリシロキサン硬化物の粒径は、成型性の点から平均粒径 $50\mu\text{m}$ 以下のものがよく、通常 $0.01\sim 50\mu\text{m}$ 、特に $0.1\sim 20\mu\text{m}$ 程度のものが好ましい。

【0044】上記オルガノポリシロキサン化合物又はその硬化物の添加量はエポキシ樹脂と硬化剤との合計量100重量部に対して $0.1\sim 10$ 重量部、好ましくは $0.1\sim 5$ 重量部、特に $0.5\sim 2$ 重量部とすることが好ましく、 $0.1$ 重量部未満の場合には難燃性効果が見られなくなる場合があり、また $10$ 重量部を超えると機械的強度が低下するためである。

【0045】本発明のエポキシ樹脂組成物には、必要に応じ、粘度を下げる目的のために、従来より公知の $n$ -ブチルグリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、スチレンオキサイド、 $t$ -ブチルフェニルグリシジルエーテル、ジシクロペンタジエンジエポキシド、フェノール、クレゾール、 $t$ -ブチルフェノールのような希釈剤を添加することができる。

【0046】更に、シランカップリング剤、チタン系カップリング剤、アルミニウム系カップリング剤などのカップリング剤やカーボンブラックなどの着色剤、ノニオン系界面活性剤、フッ素系界面活性剤、シリコーンオイルなどの濡れ向上剤や消泡剤なども場合によっては添加することができる。

【0047】また、遊離したハロゲンをトラップするためのハロゲン捕捉剤を組成物全体に対して $10$ 重量%以下、特に $1\sim 5$ 重量%程度添加することは、本発明の目的、効果を損なわない限り任意とされる。

【0048】本発明のエポキシ樹脂組成物の製造方法としては、上記した諸原料を高速混合機などを用い、均一に混合した後、二本ロールや連続混練装置などで十分混練すればよい。混練温度としては $50\sim 110^\circ\text{C}$ が望ましい。混練後、薄くシート化し、冷却、粉碎することでエポキシ樹脂組成物を製造する。

【0049】本発明のエポキシ樹脂組成物は、半導体封止用として用いられるが、この場合半導体装置としては、耐熱性の要求される発熱の大きな集積回路や、高度な信頼性を要求されるものなどを挙げることができ、特に、高速メモリーやCPUなどを封止するのに好適に用いられる。

【0050】なお、エポキシ樹脂組成物の成形方法としては特に制限はないが、通常トランスファー成形にて行うことができる。また、成形条件は、通常 $1.65\sim 1.8$

$5^\circ\text{C}$ 、 $1\sim 3$ 分とすることができる。

【0051】

【発明の効果】本発明のエポキシ樹脂組成物によれば、臭素化合物を配合することなく、難燃化と耐熱性とを両立させた硬化物を与え、従ってこの硬化物で封止された半導体装置は信頼性の高いものである。

【0052】

【実施例】以下、実施例と比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。なお、以下の例において部はいずれも重量部を示す。

【0053】〔実施例1～5、比較例1～4〕表1に示す成分を熱二本ロールにて均一に溶融混練し、冷却、粉碎して半導体素子封止用エポキシ樹脂組成物を得た。

【0054】次に、これらの組成物につき、次の(イ)～(ニ)の諸試験を行った。結果を表1に示す。

(イ) スパイラルフロー

EMM-I規格に準じた金型を使用して $175^\circ\text{C}$ 、 $7.0\text{kgf}/\text{cm}^2$ 、成形時間 $120$ 秒の条件で測定した。

(ロ) 難燃性試験

UL-94に基づき、 $1/16$ インチ厚の板を成形し、難燃性を調べた。

(ハ) 成形性

各サンプルを用いてアルミ模擬素子を搭載した耐熱試験用の $14$ ピンDIPを、成形条件 $175^\circ\text{C}$ 、 $7.0\text{kgf}/\text{cm}^2$ 、成形時間 $120$ 秒の条件で封止した際の成形性をみた。外部ボイド、内部ボイド、未充填の成形不良が発生しない場合を合格、成形不良が発生した場合を不合格とした。

(ニ) 高温信頼性

シリコンチップ上にアルミ配線を形成した模擬素子と部分金めっきされた $42$ アロイフレームとを、太さ $30\mu\text{m}$ の金線でボンディングし、 $175^\circ\text{C}$ 、 $7.0\text{kgf}/\text{cm}^2$ 、成形時間 $120$ 秒の条件で $14$ ピンDIPを成形した。この成形で得られたパッケージを $180^\circ\text{C}$ で $4$ 時間ポストキュアした後、 $200^\circ\text{C}$ の乾燥機に所定時間( $168\text{Hr}$ )放置した。その後、樹脂硬化物を発煙硝酸で溶かし、チップ側のボンディング部のせん断強度を測定した。初期強度の $1/2$ 以下になったものを不良とした。

【0055】

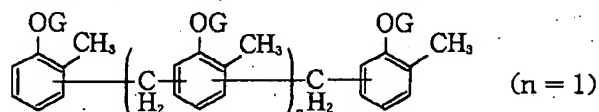
【表1】

配合組成 (重量部)	実施例					比較例			
	1	2	3	4	5	1	2	3	4
ノボラックエポキシ樹脂 <sup>*1</sup>				13.9					
ビフェニル型エポキシ樹脂 <sup>*2</sup>	46.5	46.5	46.5	32.6	57.6	46.5	46.5	46.5	49.8
硬化剤 <sup>*3</sup>	53.5	53.5	53.5	53.5	42.4	53.5	53.5	53.5	44
五酸化アンチモンA	4	2	8	12	2			4	4
五酸化アンチモンB							4		
オルガノポリシロキサン (1)	1								
オルガノポリシロキサン (2)		1				1			
オルガノポリシロキサン (3)			1.5				1.5		
オルガノポリシロキサン (4)				2.0				2.0	
オルガノポリシロキサン (5)					2.0				
ブロム化エポキシ樹脂 <sup>*4</sup>									6.2
熔融シリカ	700	850	900	800	850	700	700	1100	700
カーボンブラック	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
シランカップリング剤 <sup>*5</sup>	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
カルナバワックス	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
トリフェニルホスフィン	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2
スパイラルフロー (cm)	120	85	68	42	89	123	118	19	115
難燃性試験 (UL-94V-0)	合格	合格	合格	合格	合格	不合格	合格	合格	合格
成形性	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	*6	合格
耐熱試験 (n=20)	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	0/20	15/20		13/20

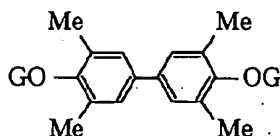
【0056】

【化7】

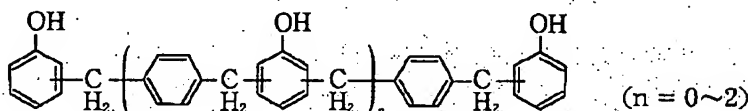
\* 1 : 日本化薬製, EOCN3300, エポキシ当量 195



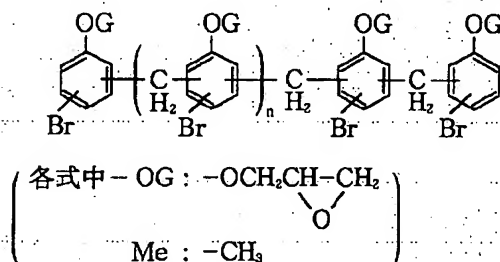
\* 2 : 油化シェル製, YX4000HK, エポキシ当量 190



\* 3 : 三井東圧製, Mylex, フェノールノボラック樹脂, フェノール当量 170



\* 4 : 日本化薬製, BREN-105, エポキシ当量 280, 臭素含有量 35%



\* 5 : 信越化学工業製, KBM403 ; ァーグリッドキシプロビルトリメチルシリラン

\* 6 : 試験片を成形できないため未測定

【0.05.7】五酸化アンチモンA : ゾルゲル法で製造したもの (平均粒径  $0.3 \mu\text{m}$ , 比表面積  $35 \text{m}^2/\text{g}$ , 純度ハロゲンイオン  $15 \text{ppm}$ )

五酸化アンチモンB : 金属アンチモンの酸化で製造したもの (平均粒径  $5 \mu\text{m}$ , 比表面積  $2.8 \text{m}^2/\text{g}$ , 純度ハロゲンイオン  $180 \text{ppm}$ )

オルガノポリシロキサン

(1) KF96 : 信越化学工業製, 末端トリメチルシリ

ル基封鎖ジメチルポリシロキサン

(2) X-22-161 : 信越化学工業製, 両末端アミノ基変性ジメチルポリシロキサン

(3) X-22-3939A : 信越化学工業製, アミノ基含有ポリエーテル変性ジメチルポリシロキサン

(4) KR213 : 信越化学工業製, メトキシ基当量 160 のメチルポリシロキサンレジン

(5) X-52-874C : 信越化学工業製, 平均粒径  $10\sim 15 \mu\text{m}$  のジメチルポリシロキサン硬化物パウダ

フロントページの続き

(72)発明者 奥瀬 聡

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10  
信越化学工業株式会社シリコン電子材料  
技術研究所内

(72)発明者 富吉 和俊

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10  
信越化学工業株式会社シリコン電子材料  
技術研究所内